

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES  
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
11. August 2005 (11.08.2005)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
**WO 2005/073458 A1**

(51) Internationale Patentklassifikation<sup>7</sup>: **D06M 15/267**,  
15/263, 15/643, 11/79, 15/31, B01D 19/04

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2005/000778

(22) Internationales Anmeldedatum:  
27. Januar 2005 (27.01.2005)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:  
102004004722.7 29. Januar 2004 (29.01.2004) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme  
von US): **BASF AKTIENGESELLSCHAFT** [DE/DE];  
67056 Ludwigshafen (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **SENF, Andreas**  
[DE/DE]; A.-Dürer Weg 4, 91320 Ebermannstadt/Gassel-  
dorf (DE). **SIMENC, Toni** [SI/DE]; August-Bebel-Str.  
69, 68199 Mannheim (DE).

(74) Gemeinsamer Vertreter: **BASF AKTIENGE-  
SELLSCHAFT**; 67056 Ludwigshafen (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für  
jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL,  
AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH,  
CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES,  
FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE,  
KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD,  
MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG,  
PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM,  
TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM,  
ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für  
jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW,  
GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG,  
ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU,  
TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK,  
EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL,  
PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI,  
CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Ab-  
kürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Co-  
des and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der  
PCT-Gazette verwiesen.

(54) Title: METHOD FOR TREATING TEXTILES

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR BEHANDLUNG VON TEXTIL

(57) Abstract: The invention relates to a method for treating textiles with: (a) at least one alkali metal salt or ammonium salt of a copolymer; (b) at least one polysiloxane; (c) at least one solid material based on silicon dioxide; and (d) water.

(57) Zusammenfassung: Verfahren zur Behandlung von Textil durch Behandlung mit (a) mindestens einem Alkalimetall- oder Ammoniumsalz eines Copolymerisats, (b) mindestens einem Polysiloxan, (c) mindestens einem festen Material auf Basis von Siliziumdioxid, (d) und Wasser.



WO 2005/073458 A1

## Verfahren zur Behandlung von Textil

### Beschreibung

- 5 Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Behandlung von Textil, dadurch gekennzeichnet, dass man es behandelt mit
- (a) mindestens einem Alkalimetall- oder Ammoniumsalz eines Copolymerisats,
  - (b) mindestens einem Polysiloxan,
  - (c) mindestens einem festen Material auf Basis von Siliziumdioxid,
  - 10 (d) und Wasser.

Weiterhin betrifft die vorliegende Erfindung eine Formulierung, die geeignet ist zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens, sowie behandeltes Textil, erhältlich nach dem erfindungsgemäßen Verfahren.

15

Textile Materialien, insbesondere Garne, behandelt man vor dem Verarbeiten mit Lösungen, Dispersionen oder Schmelzen von makromolekularen Stoffen. Die auf die Faser aufgetragenen makromolekularen Stoffe kann man nach der Verarbeitung auswaschen. Wenn man eine derartige Behandlung durchführt, um vor dem Verweben eine

20 höhere Glätte, Geschmeidigkeit, Festigkeit und Geschlossenheit zu erzielen, so spricht man vom Schlichten von Garnen. Schlichtemittel, auch Schlichten genannt, werden üblicherweise nach dem Weben möglichst weitgehend ausgewaschen, der letztere Arbeitsgang wird auch Entschlichten genannt.

- 25 Gängige Schlichtemittel wählt man üblicherweise aus natürlichen makromolekularen Stoffen wie beispielsweise Stärke, aus modifizierten natürlichen makromolekularen Stoffen wie beispielsweise modifizierter Stärke und Carboxymethylcellulose und aus synthetischen makromolekularen Stoffen wie beispielsweise Polyvinylalkohol, Polyester und Poly(meth)acrylaten, s. beispielsweise Ullmann's Encyclopedia of Industrial
- 30 Chemistry, Vol. 36, 6. Auflage, S. 18 – 26, Wiley-VCH Weinheim, 2003. Zahlreiche Stärkeformulierungen weisen jedoch schlechte Laufeigenschaften auf.

Für Schlichten, aber auch für andere Anwendungen auf Textil, sind daher Behandlungsverfahren erwünscht, durch die Textil mit makromolekularen Stoffen behandelt

35 werden, damit das behandelte Textil sehr gute mechanische Eigenschaften aufweist. Außerdem sollen die aufgetragenen makromolekularen Stoffe gut mit wässrigen Flotten entfernt werden können.

Bei zahlreichen aus dem Stand der Technik bekannten Behandlungsmitteln und insbesondere bei Schlichtemitteln wird beobachtet, dass sie bei der Applikation zu starkem Schäumen neigen. Daraus resultiert eine inhomogene Applikation, was bei Schlichtemitteln dazu führen kann, dass die gewünschte Verbesserung der mechanischen Eigenschaften des behandelten Textils nicht in ausreichendem Maße eintritt. Versuche, das beobachtete Schäumen durch die Zugabe eines Entschäumers, beispielsweise auf Basis von Silikonen, zu dämpfen, haben sich als wenig erfolgreich erwiesen. Zwar beobachtete man in vielen Fällen eine Abnahme der Schaumbildung, jedoch bilden sich auf dem behandelten Textil ölige Flecken, die sich auf Walzen ablagern können und zur Klumpenbildung führen. Reste der beobachteten öligen Flecken können außerdem beim Waschen nicht oder nur unvollkommen entfernt werden. Insbesondere bei der Kombination von Entschäumern auf Basis von Silikonen mit synthetischen makromolekularen Stoffen auf Basis von Poly(meth)acrylaten beobachtet man weiterhin, dass die Mischungen eine nur unbefriedigende Lagerstabilität aufweisen.

Demgemäß wurde das eingangs definierte Verfahren gefunden.

Unter Textil werden im Rahmen der vorliegenden Erfindung linienförmige Gebilde wie Textilfasern, Stapelfasern, Bindfäden, Fäden, Vorgarne, Garne, Leinen, Schnüre, Seile, Zwirne verstanden. Textil kann natürlichen Ursprungs sein, beispielsweise Seide, Wolle, Flachs, Rami, Hanf oder Kokos oder insbesondere Baumwolle, oder synthetisch, beispielsweise regenerierte Cellulose wie z.B. Kupferseide, Viskose, oder Celluloseacetate wie Acetat und Triacetat, weiterhin Polyamid, Polyacrylnitril, Polypropylen und Polyester. Auch Mischungen kommen in Frage, beispielsweise Baumwolle-Polyester-Mischungen. Textil im Rahmen der vorliegenden Erfindung kann als Stapelfaser vorliegen, in Form von Filamenten oder als Stapelfasergarn.

Textil, welches man nach dem erfindungsgemäßen Verfahren behandelt, kann von beliebiger Farbe sein, und es kann ein- oder mehrfarbig sein. Bevorzugt behandelt man ungefärbtes Textil nach dem erfindungsgemäßen Verfahren.

In einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung handelt es sich bei Textil um

- Kettgarne aus Cellulosefasern, Polyester-Cellulosefaser-Mischungen, Wolle, Polyester-Wolle-Mischungen, Viskose-Filament oder Acetat-Filament oder
- Kettgarne aus glattem oder texturiertem Polyester-Filament.

Erfindungsgemäß behandelt man Textil mit

- (a) mindestens einem Alkalimetall- oder Ammoniumsalz eines Copolymerisats,
- (b) mindestens einem Polysiloxan,
- 5 (c) mindestens einem festen Material auf Basis von Siliziumdioxid,
- (d) und Wasser.

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung führt man die erfindungsgemäße Behandlung in Gegenwart von

- 10 (e) mindestens einem Schutzkolloid durch.

(a), (b), (c), (d) und (e) werden im Folgenden auch als Komponente (a), Komponente (b) usw. bezeichnet.

15

Unter Alkalimetallsalzen sind Salze von Lithium, Natrium, Kalium, Rubidium oder Cäsium und insbesondere von Kalium und Natrium zu verstehen. Unter Ammoniumsalze sind beispielsweise  $\text{NH}_4^+$ -Salze zu verstehen, aber auch  $(\text{NR}^8\text{R}^9\text{R}^{10}\text{R}^{11})^+$ -Salze, wobei  $\text{R}^8$  bis  $\text{R}^{11}$  gleich oder verschieden sein können und gewählt werden aus Wasserstoff,  $\text{C}_1$ - $\text{C}_{10}$ -Alkyl,  $\text{C}_6$ - $\text{C}_{14}$ -Aryl,  $\text{C}_3$ - $\text{C}_{12}$ -Cycloalkyl, Benzyl oder Hydroxy- $\text{C}_2$ - $\text{C}_{10}$ -Alkylen, insbesondere  $-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{OH}$ ,  
20 mit der Maßgabe, dass mindestens ein  $\text{R}^8$  bis  $\text{R}^{11}$  von Wasserstoff verschieden ist.

Unter Alkalimetallsalzen bzw. Ammoniumsalzen von Copolymerisaten sind solche Salze von Copolymerisaten zu verstehen, bei denen im Mittel mindestens eine, bevorzugt mindestens zwei saure Gruppen pro Molekül des entsprechenden Copolymerisats mit Alkalimetall bzw. Ammonium neutralisiert sind. In einer speziellen Ausführungsform der vorliegenden Erfindung handelt es sich bei (a) um vollständig mit Alkalimetall bzw. Ammonium neutralisiertes Copolymerisat.

30

Erfindungsgemäß als Komponente (a) eingesetzte Alkalimetall- oder Ammoniumsalze von Copolymerisaten sind vorzugsweise Alkalimetall- oder Ammoniumsalze von Carboxylgruppenhaltige Copolymere, man kann aber auch Alkali- oder Ammoniumsalze von beispielsweise Alkoholischen Hydroxylgruppen enthaltenden Copolymeren oder  
35 von Sulfonaten einsetzen. Bevorzugt handelt es sich um solche Copolymere, die erhältlich sind durch Copolymerisation von (Meth)acrylsäure mit Estern von ungesättigten Carbonsäuren.

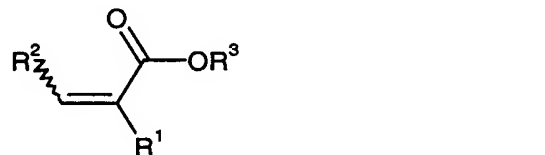
Besonders bevorzugt handelt es sich bei (a) um ein Alkalimetall- oder Ammoniumsalz von mindestens einem Copolymerisat, welches erhältlich ist durch Copolymerisation von

5

(a1) 1 bis 20 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 15 Gew.-% (Meth)acrylsäure,

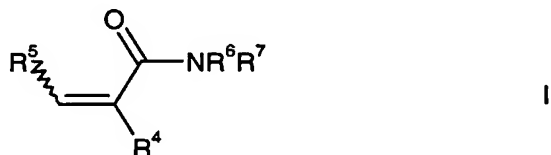
(a2) 2 bis 20 Gew.-%, bevorzugt 10 bis 20 Gew.-% (Meth)acrylnitril und

(a3) 30 bis 80 Gew.-%, bevorzugt 40 bis 60 Gew.-% mindestens eines Comonomers der allgemeinen Formel I



10

(a4) 0 bis 20 Gew.-%, bevorzugt bis 10 Gew.-% mindestens eines Comonomers der allgemeinen Formel II



wobei die Variablen wie folgt gewählt werden:

15  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^4$ ,  $R^5$  gleich oder verschieden und gewählt aus

- Wasserstoff,
- $C_1$ - $C_{10}$ -Alkyl, unverzweigt oder verzweigt, wie Methyl, Ethyl, n-Propyl, iso-Propyl, n-Butyl, iso-Butyl, sec.-Butyl, tert.-Butyl, n-Pentyl, iso-Pentyl, sec.-Pentyl, neo-Pentyl, 1,2-Dimethylpropyl, iso-Amyl, n-Hexyl, iso-Hexyl, sec.-Hexyl, n-Heptyl, n-Octyl, 2-Ethylhexyl, n-Nonyl, n-Decyl; besonders bevorzugt  $C_1$ - $C_4$ -Alkyl wie Methyl, Ethyl, n-Propyl, iso-Propyl, n-Butyl, iso-Butyl, sec.-Butyl und tert.-Butyl und ganz besonders bevorzugt Methyl.

20

$R^6$ ,  $R^7$  gleich oder verschieden und gewählt aus

- 25 - Wasserstoff,
- $C_1$ - $C_{10}$ -Alkyl, unverzweigt oder verzweigt, wie Methyl, Ethyl, n-Propyl, iso-Propyl, n-Butyl, iso-Butyl, sec.-Butyl, tert.-Butyl, n-Pentyl, iso-Pentyl, sec.-Pentyl, neo-Pentyl, 1,2-Dimethylpropyl, iso-Amyl, n-Hexyl, iso-Hexyl, sec.-Hexyl, n-Heptyl, n-Octyl, 2-Ethylhexyl, n-Nonyl, n-Decyl; besonders bevorzugt  $C_1$ - $C_4$ -Alkyl wie Methyl, Ethyl, n-Propyl, iso-Propyl, n-Butyl, iso-Butyl, sec.-Butyl und tert.-Butyl,

30

- oder R<sup>6</sup> und R<sup>7</sup> sind gemeinsam C<sub>2</sub>-C<sub>10</sub>-Alkylen, substituiert oder unsubstituiert, insbesondere C<sub>4</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylen, insbesondere -(CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>-, -(CH<sub>2</sub>)<sub>5</sub>- oder -(CH<sub>2</sub>)<sub>6</sub>-.

5 R<sup>3</sup> ist gewählt aus C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-Alkyl, unverzweigt oder verzweigt, wie Methyl, Ethyl, n-Propyl, iso-Propyl, n-Butyl, iso-Butyl, sec.-Butyl, tert.-Butyl, n-Pentyl, iso-Pentyl, sec.-Pentyl, neo-Pentyl, 1,2-Dimethylpropyl, iso-Amyl, n-Hexyl, iso-Hexyl, sec.-Hexyl, n-Heptyl, n-Octyl, 2-Ethylhexyl, n-Nonyl, n-Decyl; besonders bevorzugt C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl wie Methyl, Ethyl, n-Propyl, iso-Propyl, n-Butyl, iso-Butyl, sec.-Butyl und tert.-Butyl.

10

Bevorzugt sind R<sup>2</sup> und R<sup>5</sup> jeweils Wasserstoff.

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung sind R<sup>1</sup> und R<sup>4</sup> jeweils gewählt aus Wasserstoff und Methyl.

15

In einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung sind R<sup>1</sup> und R<sup>4</sup> jeweils gewählt aus Wasserstoff und Methyl, und R<sup>2</sup> und R<sup>5</sup> bedeuten jeweils Wasserstoff.

20 In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wählt man mindestens zwei verschiedene Comonomere (a3).

In einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wählt man (a3) aus Acrylsäuremethylester, Methacrylsäuremethylester, Acrylsäureethylester, Methacrylsäureethylester, Acrylsäure-n-butylester, Methacrylsäure-n-butylester und Mischungen der vorstehend genannten Comonomere.

25

Die Werte in Gew.-% beziehen sich dabei jeweils auf die Masse des oder der betreffenden Comonomere in erfindungsgemäß eingesetztem Copolymerisat (a) als Alkali-  
30 metall- bzw. Ammoniumsalz.

30

Erfindungsgemäß als Komponente (a) eingesetzte Alkalimetall- bzw. Ammoniumsalze eingesetzte Copolymerisate können in Form von Blockcopolymerisaten, alternierenden Copolymerisaten oder vorzugsweise als statistische Copolymerisate vorliegen.

35

Erfindungsgemäß als Komponente (a) eingesetzte Copolymerisate bzw. ihre Alkali- oder Ammoniumsalze kann man nach an sich bekannten Methoden herstellen, insbe-

sondere radikalischer Copolymerisation, absatzweise oder kontinuierlich, beispielsweise Massepolymerisation, Emulsionspolymerisation, Fällungspolymerisation und Lösungspolymerisation, beispielsweise in Wasser als Lösungsmittel.

- 5 In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung weist mindestens ein Alkalimetall- bzw. Ammoniumsalz eines Copolymerisats (a) eine dynamische Viskosität im Bereich von 30 bis 1500 mPa·s auf, bevorzugt bis 800 und besonders bevorzugt 40 bis 300 mPa·s, gemessen als 25 Gew.-% wässrige Lösung nach DIN EN ISO 3219 bei 23 °C.

10

Erfindungsgemäß als Komponente (b) setzt man mindestens ein Polysiloxan im erfindungsgemäßen Verfahren ein. Bei erfindungsgemäß eingesetzten Polysiloxanen kann es sich um lineare, verzweigte oder cyclische Polysiloxane handeln oder Mischungen der vorstehend genannten. Erfindungsgemäß eingesetzte Polysiloxane haben O-Si-O-  
15 Ketten. Die freien Valenzen am Si können beispielsweise durch OH, C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-Alkyl oder durch Phenyl abgesättigt sein, wobei Phenyl und insbesondere Methyl bevorzugt sind. Erfindungsgemäß als Komponente (b) eingesetzte Polysiloxane sind an sich bekannt.

20

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung weist mindestens ein Polysiloxan (b) eine dynamische Viskosität im Bereich von 100 bis 2000 mPa·s auf, bevorzugt bis 500 und besonders bevorzugt bis 200 mPa·s, gemessen nach DIN EN ISO 3219 bei 23 °C.

25

Bei festem Material auf Basis von Siliziumdioxid (c) erfindungsgemäß als Komponente (c) eingesetztem Material handelt es sich beispielsweise um Kieselgel. Dabei kann erfindungsgemäß eingesetztes Kieselgel auch Anteile anderer Elemente enthalten, beispielsweise Aluminium oder Natrium oder Calcium oder Mischungen der vorstehend genannten Elemente.

30

Unter festem Material soll solches Material verstanden werden, welches bei Zimmertemperatur fest ist.

35

Festes Material auf Basis von Siliziumdioxid (c) liegt im Rahmen der vorliegenden Erfindung in Form von Partikeln vor, die reguläre oder vorzugsweise sphärische Form aufweisen können. Der mittlere Durchmesser der Partikel (Zahlenmittel, bestimmt beispielsweise durch mikroskopische Methoden oder durch Coulter Counter) kann im Bereich von 0,1 nm bis 1 µm liegen.

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung verwendet man solche festen Materialien auf Basis von Siliziumdioxid (c), die einen mittleren Durchmesser (Zahlenmittel) im Bereich von 0,1 nm bis 100  $\mu\text{m}$ , bevorzugt 5 nm bis 50  $\mu\text{m}$  aufweisen.

5

Feste Materialien auf Basis von Siliziumdioxid (c) sind als solche bekannt und können nach dem Fachmann bekannten Methoden hergestellt werden, beispielsweise durch Fällung durch Ansäuern von wässrigen Lösungen von Natriummetasilikat.

- 10 In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung haben feste Materialien auf Basis von Siliziumdioxid eine innere Oberfläche nach BET, bestimmt beispielsweise durch Stickstoffadsorption gemäß DIN 66 131, im Bereich von 50 bis 5000  $\text{m}^2/\text{g}$ , bevorzugt 250 bis 3000  $\text{m}^2/\text{g}$  und besonders bevorzugt 350 bis 1000  $\text{m}^2/\text{g}$ .

- 15 In einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung verwendet man solche festen Materialien auf Basis von Siliziumdioxid (c), die in Form von Agglomeraten sogenannter Primärpartikel vorliegen. Dazu setzt man solche festen Materialien auf Basis von Siliziumdioxid (c) ein, bei denen die Primärpartikel einen mittleren Durchmesser (Zahlenmittel) im Bereich von 0,1 bis 100 nm, bevorzugt 5 bis 50 nm aufweisen.  
20 Der mittlere Durchmesser (Zahlenmittel) von Agglomeraten kann im Bereich von 60 nm bis 100  $\mu\text{m}$  liegen, bevorzugt im Bereich von 100 nm bis 50  $\mu\text{m}$ . Agglomerate von Primärpartikeln haben im Allgemeinen eine im wesentlichen sphärische Gestalt und können aus 4 Primärpartikeln bis zu mehr als tausend Primärpartikeln bestehen.

- 25 In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung setzt man als festes Material auf Basis von Siliziumdioxid (c) mindestens ein pyrogenes Kieselgel ein, das im Rahmen der vorliegenden Erfindung auch als pyrogene Kieselsäure bezeichnet wird. Pyrogene Kieselgele sind beispielsweise als Aerosil-Marken der Firma Degussa im Handel erhältlich. Besonders bevorzugt setzt man pyrogene Kieselsäuren ein, die in Form von  
30 Agglomeraten von Primärpartikeln vorliegen und die eine mittlere Oberfläche im Bereich von 50 bis 5000  $\text{m}^2/\text{g}$ , bevorzugt 250 bis 3000  $\text{m}^2/\text{g}$  und besonders bevorzugt 350 bis 2000  $\text{m}^2/\text{g}$  aufweisen.

- Das erfindungsgemäße Verfahren wird unter Verwendung von Wasser (d) durchgeführt, wobei das eingesetzte Wasser deionisiert (entsalzt) sein kann, aber nicht muss.  
35 Die Verwendung von deionisiertem Wasser oder von Wasser mit bis zu 2° dH (Deutscher Härte) ist bevorzugt. Deionisiertes (entsalztes oder auch vollentsalztes) Wasser



lässt sich nach Methoden gewinnen, die dem Fachmann bekannt sind, beispielsweise der Umkehrosmose oder unter Verwendung von Ionenaustauschern.

5 In einer speziellen Ausführungsform der vorliegenden Erfindung kann man die erfindungsgemäße Behandlung in Gegenwart von mindestens einem Schutzkolloid (e) durchführen, wobei als Schutzkolloid (e) oberflächenaktive Verbindungen in Frage kommen, die anionisch, kationisch, zwitterionisch oder nichtionisch sein können.

10 Besonders bevorzugte Schutzkolloide (e) sind Polymere der (Meth)acrylsäure und Copolymere aus Acrylsäure und Methacrylsäure, die jeweils vollständig oder partiell durch Alkalimetall oder Ammonium neutralisiert sein können, wobei Alkalimetall und Ammonium wie oben stehend definiert sind.

15 In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung handelt es sich bei Polymeren oder Copolymeren der (Meth)acrylsäure um solche, die als 28,5 Gew.-% wässrige Lösung eine dynamische Viskosität im Bereich von 2500 bis 5000 mPa·s aufweisen, gemessen nach DIN EN ISO 3219.

20 Geeignete nicht-ionische Schutzkolloide (e), die vorzugsweise in Gegenwart mindestens eines Polymers oder Copolymers der (Meth)acrylsäure eingesetzt werden können, sind schwachschäumende, nicht ionische Tenside, vorzugsweise alkoxylierte C<sub>12</sub>-C<sub>15</sub>-Oxoalkohole, die mit 1 bis 3 Äquivalenten Alkylenoxid alkoxyliert sind, vorzugsweise mit Ethylenoxid oder Propylenoxid.

25 Man arbeitet zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens vorzugsweise mit Verhältnissen von etwa 2 bis 15 Gew.-% Flotte zu Textil. Wünscht man das erfindungsgemäße Verfahren als Verfahren zum Schlichten von Textil zu gestalten, so arbeitet man vorzugsweise mit Schlichteauflagen von 2 bis 15%. Unter Schlichteauflagen wird im Rahmen der vorliegenden Erfindung das Verhältnis von Schlichte zu Kettgarn  
30 verstanden.

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung setzt man die Komponenten in folgenden Mengen ein:  
1 bis 30 Gew.-%, bevorzugt 10 bis 25 Gew.-%, an (a), bezogen auf die Gesamtmenge  
35 an wässriger Flotte bzw. wässrigen Flotten,  
0,001 bis 5 Gew.-%, bevorzugt 0,01 bis 4 Gew.-%, an (b),  
0,0001 bis 5 Gew.-%, bevorzugt 0,001 bis 4 Gew.-%, an (c),

0 bis 3 Gew.-%, bevorzugt 0,0001 bis 2 Gew.-%, an (e),  
wobei die Gew.-% von (b), (c) und (e) jeweils auf (a) bezogen sind.

In einer Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens geht man so vor, dass  
5 man Textil mit einer wässrigen Flotte, enthaltend

- (a) mindestens ein Alkalimetall- oder Ammoniumsalz eines Copolymerisats
  - (b) mindestens ein Polysiloxan und
  - (c) mindestens ein festes Material auf Basis von Siliziumdioxid
- und gegebenenfalls

10 (e) mindestens ein Schutzkolloid  
behandelt.

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung arbeitet man zur Ausführung des  
erfindungsgemäßen Verfahrens bei einer Temperatur im Bereich von 10 °C bis 35°C,  
15 bevorzugt von 20 bis 30°C.

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung geht man zur Durchführung des  
erfindungsgemäßen Verfahrens so vor, dass man Textil, insbesondere in Form von  
linienförmigen Gebilden, über eine oder mehrere Rollen durch mehrere oder vorzugs-  
20 weise einen Behälter zieht, der oder die eine oder mehrere wässrige Flotten enthält  
bzw. enthalten, welche (a), (b), (c) und gegebenenfalls (e) enthalten. Anschließend  
kann man überschüssige wässrige Feuchtigkeit abquetschen. Anschließend kann man  
erfindungsgemäß behandeltes Textil trocknen, beispielsweise indem man es durch  
eine Trocknungseinheit zieht. Geeignete Trocknungseinheiten sind beispielsweise Zy-  
25 lindertrockner. Man trocknet beispielsweise bei Temperaturen im Bereich von 90 bis  
130°C.

Wünscht man erfindungsgemäß Textil mit mehreren wässrigen Flotten zu behandeln,  
so kann man so vorgehen, dass man (a), (b), (c) und gegebenenfalls (d) auf verschie-  
30 dene wässrige Flotten verteilt.

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform behandelt man Textil erfindungsge-  
mäß so, dass man (a), (b), (c) und gegebenenfalls (e) jeder oder besonders bevorzugt  
der wässrigen Flotte zusetzt.

35

Die Behandlungsdauer von Textil mit (a), (b), (c) und (d) sowie gegebenenfalls (e) ist  
üblicherweise kurz und hängt ab von der Geschwindigkeit, mit der man das zu behan-

delnde Textil durch den oder die Behälter zieht, in denen oder in dem sich eine oder mehrere Flotten befinden, enthaltend (a), (b), (c), Wasser und gegebenenfalls (e). Typische Maschinengeschwindigkeiten liegen im Bereich von 5 bis 300 m/min. Wenn man mit Maschinen arbeitet, die nur einen einzelnen Faden durch einen oder mehrere Behälter zieht, in denen oder in dem sich eine oder mehrere Flotten befinden, enthaltend (a), (b), (c), Wasser und gegebenenfalls (e), so sind Maschinengeschwindigkeiten bis zu 500 m/min möglich

Wässrige Flotten zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens kann man herstellen, indem man die gewünschten Komponenten mit Wasser vermischt.

Zusätzlich zu den oben beschriebenen erfindungsgemäßen Maßnahmen kann man Textil zusätzlich noch mit Wachsen, beispielsweise Polyolefinwachs, beispielsweise Polyethylenwachs oder Polypropylenwachs sowie Copolymerwachsen von Ethylen und Propylen, weiterhin oxidiertem Polyethylenwachs und insbesondere Polyethylenoxidwachs, behandeln. Besonders bevorzugt behandelt man mit Polyethylenoxidwachs, welches im Mittel (Gewichtsmittel) im Bereich von 20 bis 250 Ethylenoxid-Einheiten pro Molekül aufweist.

Zusätzlich zu den oben beschriebenen erfindungsgemäßen Maßnahmen kann man Textil weiterhin noch mit sulfiertem Talg oder sulfiertem Öl behandeln.

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind wässrige Formulierungen, enthaltend

- (a) mindestens ein Alkalimetall- oder Ammoniumsalz eines Copolymerisats
- (b) mindestens ein Polysiloxan und
- (c) mindestens ein festes Material auf Basis von Siliziumdioxid,

wobei die Komponenten (a), (b) und (c) wie oben stehend definiert sind.

30

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind vorstehend genannte wässrige Formulierungen, die weiterhin

- (e) mindestens ein Schutzkolloid

enthalten, wobei Komponente (e) wie oben stehend definiert ist.

35

Erfindungsgemäße wässrige Formulierungen eignen sich besonders gut, um das eingangs definierte erfindungsgemäße Verfahren auszuüben.

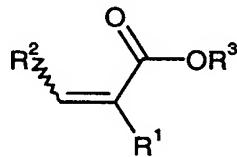
In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung handelt es sich bei (a) um ein Alkalimetall- oder Ammoniumsalz eines carboxylgruppenhaltigen Copolymerisats.

- 5 In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung handelt es sich bei (a) um ein Alkalimetall- oder Ammoniumsalz eines Copolymerisats, welches erhältlich ist durch Copolymerisation von

(a1) 1 bis 20 Gew.-% (Meth)acrylsäure,

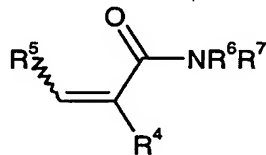
(a2) 2 bis 20 Gew.-% (Meth)acrylnitril,

- 10 (a3) 30 bis 80 Gew.-% mindestens eines Comonomers der allgemeinen Formel I



I

- (a4) 0 bis 20 Gew.-% mindestens eines Amids der allgemeinen Formel II



II

- 15 wobei die Variablen wie folgt gewählt werden:

$\text{R}^1$ ,  $\text{R}^2$ ,  $\text{R}^4$ ,  $\text{R}^5$  gewählt aus Wasserstoff, unverzweigtem oder verzweigtem  $\text{C}_1$ - $\text{C}_{10}$ -Alkyl,

$\text{R}^6$ ,  $\text{R}^7$  gewählt aus Wasserstoff, unverzweigtem oder verzweigtem  $\text{C}_1$ - $\text{C}_{10}$ -Alkyl, oder

$\text{R}^6$  und  $\text{R}^7$  sind gemeinsam  $\text{C}_2$ - $\text{C}_{10}$ -Alkylen,

$\text{R}^3$  gewählt aus unverzweigtem oder verzweigtem  $\text{C}_1$ - $\text{C}_{10}$ -Alkyl.

20

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung weist mindestens ein Alkalimetall- bzw. Ammoniumsalz eines Copolymerisats (a) eine dynamische Viskosität im Bereich von 30 bis 1500 mPa·s auf, bevorzugt bis 800 und besonders bevorzugt 40 bis 300 mPa·s auf, gemessen als 25 Gew.-% wässrige Lösung nach DIN EN ISO 3219 bei

25

23 °C.

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung handelt es sich bei mindestens einem festen Material auf Basis von Siliziumdioxid (c) um ein pyrogenes Kieselgel.

30

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung weist mindestens ein Polysiloxan (b) eine dynamische Viskosität im Bereich von 100 bis 2000 mPa·s auf, bevorzugt bis

500 und besonders bevorzugt bis 200 mPa·s auf, gemessen als 25 Gew.-% wässrige Lösung nach DIN EN ISO 3219 bei 23 °C.

- In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung enthalten erfindungsgemäße wässrige Formulierungen
- 5 2 bis 80 Gew.-%, bevorzugt 2,5 bis 50, besonders bevorzugt bis 25 Gew.-%, an (a), bezogen auf das Gesamtgewicht an erfindungsgemäßer wässriger Formulierung
- 0,001 bis 5 Gew.-%, bevorzugt 0,01 bis 4 Gew.-%, an (b),
- 0,0001 bis 5 Gew.-%, bevorzugt 0,001 bis 4 Gew.-%, an (c),
- 10 0 bis 3 Gew.-%, bevorzugt 0,0001 bis 2 Gew.-%, an (e), wobei Gew.-% (b), (c) und (e) jeweils auf (a) bezogen sind.

- Das oben beschriebene erfindungsgemäße Verfahren zur Behandlung kann man beispielsweise so ausüben, dass man erfindungsgemäße wässrige Formulierung mit weiterem Wasser verdünnt und dann als wässrige Flotte einsetzt.
- 15

- Erfindungsgemäße wässrige Formulierungen kann man beispielsweise durch Vermischen der Komponenten (a), (b) und (c) mit Wasser und gegebenenfalls (e) herstellen, wobei die Reihenfolge der Zugabe der Komponenten (a) bis (c) und gegebenenfalls (e)
- 20 unkritisch ist.

Erfindungsgemäße wässrige Formulierungen zeichnen sich durch gute Lagerstabilität aus.

- 25 Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist die Verwendung von erfindungsgemäßen wässrigen Formulierungen zur Behandlung von Textil. Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Behandlung von Textil unter Verwendung von erfindungsgemäßen wässrigen Formulierungen.

- 30 Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist Textil, erhältlich nach dem erfindungsgemäßen Verfahren. Es lässt sich vorzüglich weiterverarbeiten und weist wenig ölige Flecken auf.

- Weitere Gegenstände der vorliegenden Erfindung sind ein Verfahren zum Weben von
- 35 textilen Flächengebilden und ein Verfahren zum Spinnen von Fäden unter Verwendung von erfindungsgemäßigem Textil, im folgenden jeweils als erfindungsgemäße Textilver-

arbeitungsfahren bezeichnet. Erfindungsgemäße Textilverarbeitungsfahren lassen sich besonders störungsarm durchführen.

5 Die Erfindung wird durch Arbeitsbeispiele erläutert.

Allgemeine Bemerkungen:

Mengenangaben in g/l beziehen sich jeweils auf g/l Flotte.

10 Viskositätsbestimmungen wurden jeweils mit einer Brookfield Spindel 2 bei 100 Umdrehungen/Minute bei 23 °C in Anlehnung an DIN EN ISO 3219 durchgeführt.

1. Herstellung von wässrigen Lösungen von Alkalimetallsalzen und Ammoniumsalzen von Copolymerisaten

1.1. Herstellung einer wässrigen Lösung von Natriumsalz von Copolymerisat A1

15

Zulauf 1:

In einem Rührbehälter vermischte man miteinander:

2,88 t vollentsalztes Wasser

256 kg einer 15 Gew.-% wässrigen Lösung von Natriumbenzolsulfonat

20 183 kg  $n\text{-C}_{18}\text{H}_{37}\text{-(O-CH}_2\text{-CH}_2\text{)}_{18}\text{-OH}$

439 kg frisch destillierte Methacrylsäure

1,83 t Acrylsäure-n-butylester

1,025 t Acrylsäuremethylester

14,6 kg einer 25 Gew.-% wässrigen Natronlauge.

25

Zulauf 2:

In einem Rührbehälter vermischte man miteinander:

428 l vollentsalztes Wasser und

11 kg  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$  (Natriumperoxodisulfat).

30

Zulauf 3: 365 kg frisch destilliertes Acrylnitril.

In einem weiteren Rührbehälter wurden 4,18 t vollentsalztes Wasser und 316 kg 25 Gew.-% wässrige Natronlauge miteinander vermischt und auf 65°C erwärmt (Zulauf 4).

35

In einem Fass (Fass 1) vermischt man: 195 l vollentsalztes Wasser, 14,3 kg Aceton und 23,6 kg  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$  (Natriumdisulfid). In einem weiteren Fass (Fass 2) vermischte man: 105 l vollentsalztes Wasser und 23 kg tert.-Butylhydroperoxid.

- 5 In einem 20-m<sup>3</sup>-Rührkessel mit Heizvorrichtung, Kühler, Rührer und 3 Zulauföffnungen wurden 2,4 t vollentsalztes Wasser und 12,2 kg einer 15 Gew.-% wässrigen Lösung von Natriumbenzolsulfonat vorgelegt, entgast und unter Stickstoff miteinander vermischt. Anschließend wurde die so erhaltenen Mischung auf 80°C erwärmt.
- 10 Man gab 166 kg Zulauf 1, 110 kg Zulauf 2 und 9 kg Zulauf 3 zu der so erhaltenen erwärmten Mischung. Die Polymerisation startete. Danach wurden die Reste von Zulauf 1, Zulauf 2 und Zulauf 3 über einen Zeitraum von 3 Stunden simultan zugegeben. Man rührte nach beendeter Zugabe eine Stunde bei 80 °C. Danach wurde Zulauf 4 über einen Zeitraum von zwei Stunden zugegeben und nach beendeter Zugabe weitere
- 15 zwei Stunden bei 80 °C gerührt.  
Anschließend wurde der Inhalt aus Fass 1 und Fass 2 zugegeben und durch Abschalten der Heizung auf 34 °C abgekühlt.

- Man erhielt eine wässrige Lösung von Copolymerisat A1 als Natriumsalz. Der Feststoffgehalt betrug 25%. Die dynamische Viskosität, bestimmt nach DIN EN ISO 3219, betrug 100 mPa·s.
- 20

1.2. Herstellung einer wässrigen Lösung von Natrium/Ammonium-Mischsalz von Copolymerisat A2

- 25 Es wurde vorgegangen wie unter 1.1 beschrieben, jedoch wurden die Zuläufe 1, 3 und 4 modifiziert hergestellt.

Zulauf 1 wurde wie folgt hergestellt: In einem Rührbehälter vermischte man miteinander:

- 30 2,88 t vollentsalztes Wasser  
256 kg einer 15 Gew.-% wässrigen Lösung von Natriumbenzolsulfonat  
183 kg  $n\text{-C}_{18}\text{H}_{37}\text{-(O-CH}_2\text{-CH}_2\text{)}_{18}\text{-OH}$   
209 kg frisch destillierte Methacrylsäure  
644 kg Acrylsäureethylester
- 35 2075 kg Acrylsäuremethylester  
14,6 kg einer 25 Gew.-% wässrigen Natronlauge.

Zulauf 3: 622 kg frisch destilliertes Acrylnitril.

Zulauf 4: 4,18 t vollentsalztes Wasser und 316 kg 25 Gew.-% wässrige Ammoniaklösung wurden miteinander vermischt und auf 65 °C erwärmt.

5

Man erhielt eine wässrige Lösung von Copolymerisat A2 als Natrium/Ammonium-Mischsalz. Der Feststoffgehalt betrug 25%. Die dynamische Viskosität, bestimmt nach DIN EN ISO 3219, betrug 110 mPa·s.

10

### 1.3. Herstellung einer wässrigen Lösung von Natriumsalz von Copolymerisat A1

Es wurde vorgegangen wie unter 1.2 beschrieben, jedoch wurde Zulauf 4 wie folgt hergestellt:

15

4,18 t vollentsalztes Wasser und 316 kg 25 Gew.-% wässrige Natronlauge wurden miteinander vermischt und auf 65 °C erwärmt.

20

Man erhielt eine wässrige Lösung von Copolymerisat A3 als Natriumsalz. Der Feststoffgehalt betrug 25%. Die dynamische Viskosität, bestimmt nach DIN EN ISO 3219, betrug 80 mPa·s.

### 2. Herstellung von erfindungsgemäßen wässrigen Formulierungen

25

Vorarbeiten:

Man vermischte in einem Rührkessel miteinander:

32 kg eines Polydimethylsiloxans mit einer dynamische Viskosität von 100 mPa·s

3 kg eines pyrogenen Kieselgels, BET-Oberfläche 800 m<sup>2</sup>/g, bestimmt nach

DIN 66 131, Partikeldurchmesser (Zahlenmittel) 50 µm, bestimmt durch Coulter Counter.

30

20 kg einer Polyacrylsäure, partiell neutralisiert, pH-Wert: 7,0, dynamische Viskosität der 28,5 Gew.-% wässrigen Lösung 3000 mPa·s bei 28,5 °C

3 kg n-C<sub>11</sub>H<sub>23</sub>-O(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>-H

80 l vollentsalztes Wasser.

35

Man erhielt Premix 1 als lagerstabile Emulsion.



### 2.1. Herstellung von erfindungsgemäßen wässrigen Formulierungen F 2.1 bis F 2.3

In einem Rührgefäß vermischte man Premix 1 und wässrige Lösung von Copolymerisat A1 als Natriumsalz bzw. Copolymerisat A2 als Natrium/Ammonium-Mischsalz bzw.

5 Copolymerisat A3 als Natriumsalz gemäß Tabelle 1.

Tabelle 1: Herstellung von erfindungsgemäßen Formulierungen

Nummer der Formulierung	A1 [kg]	A2 [kg]	A3 [kg]	Premix 1 [g]
F 2.1	1	-	-	2
F 2.2	-	1	-	2
F 2.3	-	-	1	3

Die erfindungsgemäßen Formulierungen F 2.1 bis F2.3 wiesen bei Zimmertemperatur  
 10 und auch bei 50°C eine sehr gute Lagerstabilität auf; auch nach einem Monat Lagerung bei Zimmertemperatur bzw. 50°C ließen sich visuell bei keiner der untersuchten erfindungsgemäßen Formulierungen Unterschiede feststellen.

2.2. Bestimmung des Schaumverhaltens von erfindungsgemäßen Formulierungen und  
 15 von Copolymerisaten

Das Schaumverhalten wurde in Anlehnung an DIN 53 902 wie folgt bestimmt.

Die jeweils zu untersuchende Flotte (50 g/l wässrige Lösung von Copolymerisat oder 50 g/l erfindungsgemäße Formulierung) wurde auf 80°C erwärmt.

20 In einen Standzylinder, Volumen 1500 ml, Skalierung 10 ml, wurden 250 ml der auf 80°C erwärmten Flotte (50 g/l wässrige Lösung von Copolymerisat oder 50 g/l erfindungsgemäße Formulierung) gegeben. Zur Schaumerzeugung wurden mit einem Schlagstempel mit Lochscheibe (Durchmesser: 60 mm, 24 zentrische Bohrungen mit einem Durchmesser von je 3 mm) 20 Schläge innerhalb von 20 Sekunden bei einer  
 25 konstanten Schlagfrequenz durchgeführt, wobei die Lochscheibe jeweils bis zur Oberkante des Schaums herausgezogen wurde. Nach beendeter Schaumerzeugung wurde sofort das Gesamtvolumen aus Flüssigkeit und Schaum erfasst und nach den vorgegebenen Standzeiten das jeweilige Schaumvolumen als Differenz von Gesamtvolumen und Flüssigkeitsvolumen (d.h. ohne den Schaum) bestimmt.

30

Die Ergebnisse sind in Tabelle 2 zusammengefasst.

Tabelle 2: Untersuchung des Schaumverhaltens

Flotte enthält	[ml Schaum] unmittelbar nach Be- endigung der Schaumerzeugung	[ml Schaum] nach 1 Minute	[ml Schaum] nach 5 Minuten
A1	650	480	250
F 2.1	28	0	0
F 2.1*	28	0	0
A2	600	450	280
F 2.2	25	5	0
F 2.2*	28	8	0
A3	750	510	310
F 2.3	30	5	0
F 2.3*	29	5	0

Mit \* markierte erfindungsgemäße Formulierungen beziehen sich auf die jeweilige erfindungsgemäße Formulierung nach einer Lagerzeit von 30 Tagen bei Zimmertempera-  
5 tur.

### 3. Behandlung von Textil

#### 3.1. Herstellung einer wässrigen Flotte zur Behandlung von Textil und einer Vergleichs- 10 flotte

Man stellte 64 kg erfindungsgemäße wässrige Formulierung F 2.2 nach der oben ge-  
nannten Rezeptur her und verdünnte sie mit 136 l vollentsalztem Wasser. Man erhielt  
200 l erfindungsgemäße wässrige Flotte FI-1. Dynamische Viskosität: 300 mPa·s.

- 15 Zur Herstellung einer Vergleichsflotte verrührte man 64 kg wässrige Lösung von Copolymerisat A2 als Natrium/Ammonium-Mischsalz mit 128 g Polydimethylsilikon-entschäumer und verdünnte mit 136 l vollentsalztem Wasser. Man erhielt 200 l wässrige Vergleichsflotte FI-V2. Dynamische Viskosität 30 mPa·s.

#### 20 3.2 Versuchsparameter der Behandlung von Textil

Auf einer Schlichtemaschine des Typs BenSizeSingle der Fa. Benninger mit Heißluft-  
zylindertrockner wurde Polyestergarn (Polyesterkettgarn, Kettgarn dtex: 78 f34 x1) be-  
handelt. Man stellte die Schlichtemaschine wie folgt ein:

Fadenzahl: 10980, Roh/Rietbreite: 168 cm, Faden/cm: 76,3

- 25 Konzentration/Refraktion: 16°Brix

Flottentemperatur: 25°C

Behandlung: 1 x tauchen, 1 x abquetschen.

Mittlerer Quetschdruck: 18 kN

5 Nassteilung: 3 x, keine Trockenteilung

Maschinengeschwindigkeit: 300 m/min

Trocknungsbedingungen: 2 x Lufttrocknung bei 150°C, 5 Walzen mit jeweils 145°C

Nachwachsen: bei 85°C mit Polyethylenoxidwachs, das (Gewichtsmittel) etwa 110 Ethylenoxideinheiten/Molekül aufweist

10 Restfeuchtigkeit nach dem Trocknen: 0,4 Gew.-%

Ablauf/Einlauf: 40 cN

Wickeldruck: 18 cN/Faden, Anpressdruck: 200 N, kein Verzug

Flottenverbrauch 138 l/100 kg Polyestergarn, Garnbeschwerung: 5 Gew.-%

15

Die jeweils behandelten Garne wurden als Kettgarne anschließend verwoben (10 Kettbaume mit jeweils 12.000 m)

3.3 Versuchsergebnisse von erfindungsgemäßer Behandlung von Textil und Vergleichsversuch

20

Man führte je eine Textilbehandlung unter den unter 3.2 genannten Bedingungen durch, einmal (erfindungsgemäß) mit wässriger Flotte FL-1 und einmal mit wässriger Vergleichsflotte FI-V2.

25

Beim Vergleichsversuch beobachtete man nach Behandlung von 1000 m Polyester-kettgarn eine leichte Schaumbildung. Nach Behandlung von 2000 m Polyesterkettgarn baute sich Schaum auf. Selbst nach weiterer Zugabe von 0,3 g/l Polydimethylsilikonschäumer (s.o.) blieb der Schaum erhalten. Nach Behandlung von 5000 m Polyesterkettgarn wurde an den Walzen in der Schlichtemaschine eine starke Belagsbildung beobachtet, die zum Abschalten und Säubern der Walzen zwang.

30

Nach Säubern der Walzen wurde der Versuch fortgesetzt, musste aber nach Behandlung von 10.000 m Polyesterkettgarn erneut abgebrochen werden, und die Walzen wurden erneut von Belag befreit.

35

Bei erfindungsgemäßer Behandlung wurde nach Behandlung von 1000 m Polyesterkettgarn eine geringe Schaumbildung beobachtet, jedoch baute sich danach kein

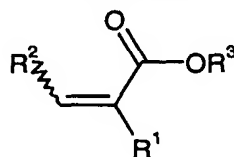
Schaum auf. Eine Zugabe von Entschäumer war nicht notwendig. Die erfindungsgemäße Behandlung konnte störungsfrei fortgesetzt werden. Nach erfindungsgemäßer Behandlung von 10.000 m Polyesterkettgarn wurde die Behandlung. Auf den Walzen konnte kein Belag festgestellt werden.

5

Das erfindungsgemäß hergestellte Polyestergewebe zeigte keine fehlerhafte Rohware, und das Warenbild war einwandfrei. Nach dem Vergleichsverfahren erhaltenes Rohgewebe wies ein streifiges Warenbild auf.

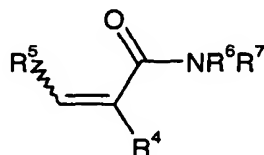
## Patentansprüche

1. Verfahren zur Behandlung von Textil, dadurch gekennzeichnet, dass man es behandelt mit
- 5 (a) mindestens einem Alkalimetall- oder Ammoniumsalz eines Copolymerisats,  
 (b) mindestens einem Polysiloxan,  
 (c) mindestens einem festen Material auf Basis von Siliziumdioxid,  
 (d) und Wasser.
- 10 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man die Behandlung durchführt in Gegenwart von  
 (e) mindestens einem Schutzkolloid.
- 15 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei (a) um ein Alkalimetall- oder Ammoniumsalz mindestens eines carboxylgruppenhaltigen Copolymerisats handelt.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei (a) um ein Alkalimetall- oder Ammoniumsalz mindestens eines Copolymerisats handelt, welches erhältlich ist durch Copolymerisation von
- 20 (a1) 1 bis 20 Gew.-% (Meth)acrylsäure,  
 (a2) 2 bis 20 Gew.-% (Meth)acrylnitril,  
 (a3) 30 bis 80 Gew.-% mindestens eines Comonomers der allgemeinen Formel I



I

- 25 (a4) 0 bis 20 Gew.-% mindestens eines Amids der allgemeinen Formel II



II

wobei die Variablen wie folgt gewählt werden:

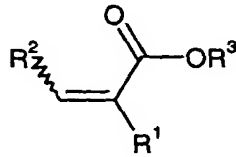
R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup>, R<sup>4</sup>, R<sup>5</sup> gewählt aus Wasserstoff, unverzweigtem oder verzweigtem C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-Alkyl,

R<sup>6</sup>, R<sup>7</sup> gewählt aus Wasserstoff, unverzweigtem oder verzweigtem C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-Alkyl, oder R<sup>6</sup> und R<sup>7</sup> sind gemeinsam C<sub>2</sub>-C<sub>10</sub>-Alkylen,

R<sup>3</sup> gewählt aus unverzweigtem oder verzweigtem C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-Alkyl.

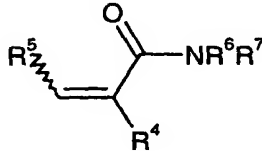
- 5 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass mindestens ein Alkalimetall- oder Ammoniumsalz eines Copolymerisats (a) eine dynamische Viskosität im Bereich von 30 bis 1500 mPa·s aufweist.
- 10 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei mindestens einem festen Material auf Basis von Siliziumdioxid (c) um ein pyrogenes Kieselgel handelt.
- 15 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass mindestens ein Polysiloxan (b) eine dynamische Viskosität im Bereich von 100 bis 2000 mPa·s aufweist.
- 20 8. Wässrige Formulierung, enthaltend  
(a) mindestens ein Alkalimetall- oder Ammoniumsalz eines Copolymerisats,  
(b) mindestens ein Polysiloxan,  
(c) mindestens ein festes Material auf Basis von Siliziumdioxid.
- 25 9. Formulierung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass sie zusätzlich  
(e) mindestens ein Schutzkolloid  
enthält.
- 30 10. Formulierung nach einem der Ansprüche 9 oder 10, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei (a) um ein Alkalimetall- oder Ammoniumsalz eines carboxylgruppenhaltigen Copolymerisats handelt.
- 35 11. Formulierung nach einem der Ansprüche 8 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei (a) um ein Alkalimetall- oder Ammoniumsalz eines Copolymerisats handelt, welches erhältlich ist durch Copolymerisation von  
(a1) 1 bis 20 Gew.-% (Meth)acrylsäure,  
(a2) 2 bis 20 Gew.-% (Meth)acrylnitril,

(a3) 30 bis 80 Gew.-% mindestens eines Comonomers der allgemeinen Formel I



I

(a4) 0 bis 20 Gew.-% mindestens eines Amids der allgemeinen Formel II



II

5

wobei die Variablen wie folgt gewählt werden:

R¹, R², R⁴, R⁵ gewählt aus Wasserstoff, unverzweigtem oder verzweigtem C₁-C₁₀-Alkyl,

R⁶, R⁷ gewählt aus Wasserstoff, unverzweigtem oder verzweigtem C₁-C₁₀-Alkyl, oder R⁶ und R⁷ sind gemeinsam C₂-C₁₀-Alkylen,

R³ gewählt aus unverzweigtem oder verzweigtem C₁-C₁₀-Alkyl.

10

15

20

25

30

12. Formulierung nach einem der Ansprüche 8 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass dadurch gekennzeichnet, dass mindestens ein Alkalimetall- oder Ammoniumsalz eines Copolymerisats (a) eine dynamische Viskosität im Bereich von 40 bis 800 mPa·s aufweist.

13. Formulierung nach einem der Ansprüche 8 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei mindestens einem festen Material auf Basis von Siliziumdioxid (c) um ein pyrogenes Kieselgel handelt.

14. Formulierung nach einem der Ansprüche 8 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass mindestens ein Polysiloxan (b) eine dynamische Viskosität im Bereich von 100 bis 200 mPa·s aufweist.

15. Verwendung von Formulierungen nach einem der Ansprüche 8 bis 14 zur Behandlung Textil.

16. Verfahren zur Behandlung von Textil unter Verwendung von Formulierungen nach einem der Ansprüche 8 bis 14.

17. Textil, erhältlich nach einem Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7.
18. Verfahren zum Weben von textilen Flächengebilden unter Verwendung von Textil nach Anspruch 17.
19. Verfahren zum Spinnen von Fäden unter Verwendung von Textil nach Anspruch 17.



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/EP2005/000778

<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> IPC 7    D06M15/267    D06M15/263    D06M15/643    D06M11/79    D06M15/31 B01D19/04		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b> Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 7    D06M    B01D		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, WPI Data, PAJ		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 1 075 864 A (DOW CORNING S.A) 14 February 2001 (2001-02-14) page 2, paragraph 2 page 6, paragraph 33 - paragraph 34 page 8, paragraph 43; claims 1,15,16,23,24 -----	1,3,8, 10,15-17
X	EP 0 075 433 A (UNILEVER PLC; UNILEVER NV) 30 March 1983 (1983-03-30) page 1, line 8 - page 2, line 25 page 3, line 6 - line 13 page 4, line 13 - line 29; claims -----	1,8, 15-17
A	DE 43 31 228 A1 (HENKEL KGAA, 40589 DUESSELDORF, DE) 16 March 1995 (1995-03-16) the whole document -----	1-19
<div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div> <input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C.         </div> <div> <input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.         </div> </div>		
* Special categories of cited documents :		
<div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 45%;"> <p>*A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>*E* earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>*L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>*O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>*P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> </div> <div style="width: 45%;"> <p>*T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>*X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>*Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.</p> <p>* &amp; * document member of the same patent family</p> </div> </div>		
Date of the actual completion of the international search  <div style="text-align: center; font-weight: bold;">3 May 2005</div>	Date of mailing of the international search report  <div style="text-align: center; font-weight: bold;">10/05/2005</div>	
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer  <div style="text-align: center; font-weight: bold;">Koegler-Hoffmann, S</div>	

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/EP2005/000778

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 1075864	A	14-02-2001	AT 286422 T	15-01-2005
			CA 2315590 A1	13-02-2001
			CN 1284545 A ,C	21-02-2001
			DE 60017223 D1	10-02-2005
			EP 1075864 A2	14-02-2001
			JP 2001087602 A	03-04-2001
			US 6521586 B1	18-02-2003
<hr/>				
EP 0075433	A	30-03-1983	AT 20085 T	15-06-1986
			AU 547364 B2	17-10-1985
			AU 8834682 A	24-03-1983
			BR 8205363 A	23-08-1983
			DE 3271384 D1	03-07-1986
			EP 0075433 A2	30-03-1983
			JP 1667889 C	29-05-1992
			JP 58061808 A	13-04-1983
			JP 62049082 B	16-10-1987
			ZA 8206807 A	25-04-1984
<hr/>				
DE 4331228	A1	16-03-1995	AT 153548 T	15-06-1997
			DE 59402932 D1	03-07-1997
			WO 9507742 A1	23-03-1995
			EP 0719167 A1	03-07-1996
			ES 2103135 T3	16-08-1997
			FI 961206 A	14-03-1996
			JP 9505767 T	10-06-1997
			NO 960114 A	10-01-1996
			US 5710207 A	20-01-1998
<hr/>				

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen  
PCT/EP2005/000778

## A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

IPK 7 D06M15/267 D06M15/263 D06M15/643 D06M11/79 D06M15/31  
B01D19/04

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

## B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 7 D06M B01D

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

## C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	EP 1 075 864 A (DOW CORNING S.A) 14. Februar 2001 (2001-02-14) Seite 2, Absatz 2 Seite 6, Absatz 33 - Absatz 34 Seite 8, Absatz 43; Ansprüche 1,15,16,23,24	1,3,8, 10,15-17
X	EP 0 075 433 A (UNILEVER PLC; UNILEVER NV) 30. März 1983 (1983-03-30) Seite 1, Zeile 8 - Seite 2, Zeile 25 Seite 3, Zeile 6 - Zeile 13 Seite 4, Zeile 13 - Zeile 29; Ansprüche	1,8, 15-17
A	DE 43 31 228 A1 (HENKEL KGAA, 40589 DUESSELDORF, DE) 16. März 1995 (1995-03-16) das ganze Dokument	1-19

☐ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

\* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

\*A\* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

\*E\* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

\*L\* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

\*O\* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

\*P\* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

\*T\* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

\*X\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

\*Y\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

\*Z\* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

3. Mai 2005

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

10/05/2005

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Koegler-Hoffmann, S

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen  
PCT/EP2005/000778

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung		Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
EP 1075864	A	14-02-2001	AT	286422 T		15-01-2005
			CA	2315590 A1		13-02-2001
			CN	1284545 A ,C		21-02-2001
			DE	60017223 D1		10-02-2005
			EP	1075864 A2		14-02-2001
			JP	2001087602 A		03-04-2001
			US	6521586 B1		18-02-2003
-----						
EP 0075433	A	30-03-1983	AT	20085 T		15-06-1986
			AU	547364 B2		17-10-1985
			AU	8834682 A		24-03-1983
			BR	8205363 A		23-08-1983
			DE	3271384 D1		03-07-1986
			EP	0075433 A2		30-03-1983
			JP	1667889 C		29-05-1992
			JP	58061808 A		13-04-1983
			JP	62049082 B		16-10-1987
ZA	8206807 A		25-04-1984			
-----						
DE 4331228	A1	16-03-1995	AT	153548 T		15-06-1997
			DE	59402932 D1		03-07-1997
			WO	9507742 A1		23-03-1995
			EP	0719167 A1		03-07-1996
			ES	2103135 T3		16-08-1997
			FI	961206 A		14-03-1996
			JP	9505767 T		10-06-1997
			NO	960114 A		10-01-1996
US	5710207 A		20-01-1998			
-----						